

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭63-69760

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

C 04 B 35/58  
C 22 C 29/16

識別記号

103

庁内整理番号

H-7158-4G  
6411-4K

⑭ 公開 昭和63年(1988)3月29日

審査請求 有 発明の数 3 (全 10 頁)

⑮ 発明の名称 高硬度工具用焼結体およびその製造法

⑯ 特 願 昭62-33465

⑰ 出 願 昭51(1976)12月21日

⑱ 特 願 昭56-38159の分割

⑲ 発明者 原 昭夫 兵庫県伊丹市昆陽字宮東1番地 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

⑲ 発明者 矢津 修示 兵庫県伊丹市昆陽字宮東1番地 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

⑳ 出願人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代理人 弁理士 内田 明 外2名

明細書

1. 発明の名称

高硬度工具用焼結体およびその製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 立方晶型窒化硼素を体積で 80 ~ 20 % 含有し残部が周期律表第4a, 5a, 6a族遷移金属の炭化物、窒化物、硼化物、硅化物もしくはこれ等の混合物または相互固溶体化合物と Al, Si または、これらを含む合金、化合物および Fe, Ni, Co またはこれらを含む合金、化合物を結合相とし、該結合相が焼結体組織中で連続した結合相をなし、前記 4a, 5a, 6a 族金属の化合物が結合相中の体積で 50 % 以上 92 % 以下であることを特徴とする高硬度工具用焼結体。

(2) 連続した結合相をなす化合物又は混合物が周期律表第4a族の Ti, Zr, Hf の炭化物、窒化物、炭窒化物を主体としたものからなる特許請求の範囲(1)項記載の焼結体。

(3) 連続した結合相をなす化合物が WO を主体

としたものからなる特許請求の範囲(1)項記載の焼結体。

(4) 連続した結合相をなす化合物が周期律表第4a族の Ti, Zr, Hf の炭化物、窒化物、炭窒化物を主体としたものからなり、焼結体中に Al もしくは Si、もしくはこの双方を重量で 1 % 以上 20 % 以下含有することを特徴とする特許請求の範囲(1)項記載の焼結体。

(5) 立方晶型窒化硼素粉末と周期律表第4a, 5a, 6a族遷移金属の炭化物、窒化物、硼化物、硅化物もしくはこれ等の混合物または相互固溶体化合物の粉末、及び Al, Si またはこれらを含む合金、化合物および Fe, Ni, Co またはこれらを含む合金、化合物の粉末を混合し、これを粉末状でもしくは型押成型後、超高压装置を用いて圧力 20 kbar 以上、温度 700 °C 以上の高压、高温下で焼結せしめることを特徴とする立方晶型窒化硼素を体積で 80 ~ 20 % 含有し、残部が周期律表第4a, 5a, 6a 族遷移金属の炭化物、窒

(1)

(2)

化物、硼化物、珪化物、もしくはこれ等の混合物、または相互固溶体化合物が結合相中で体積で50%以上92%以下であり、更にAl, Si又はこれらを含む合金、化合物およびFe, Ni, Coまたはこれらを含む合金、化合物からなり、これと前記周期律表第4a, 5a, 6a族遷移金属の化合物が焼結体組織中に連続した結合相をなす高硬度工具用焼結体の製造法。

(6) 立方晶型窒化硼素粉末と周期律表第4a族のTi, Zr, Hfの炭化物、窒化物、炭窒化物をそれぞれ $M_{0.1}^{1-x}$ ,  $M_{0.1}^{1+x}$ ,  $M(O, N)_{1-x}^{1+x}$ の形で表わしたときに(MはTi, Zr, Hfの金属性を示し、xは原子空孔または相対的に過剰の原子の存在を示す)1士xの値が0.97以下0.40以上であるこれ等化合物の粉末、及びAl, Siまたは、これらを含む合金、化合物およびFe, Ni, Coまたはこれらを含む合金、化合物の粉末を混合し、これを粉末状でもしくは型押成型後、超高压装置を用い

(3)

合金属相の高温での軟化による耐摩耗性の低下や、被削材金属が溶着し易い為に工具が損傷するといった欠点がある。本発明は、このような金属で結合した焼結体でなく、高強度で耐熱性に優れた硬質金属化合物を結合相とした切削工具等の工具用途に適した新らしいCBN焼結体に関するものである。

CBNは工具材料として見た場合に、高硬度であると共に、熱伝導率が極めて高いという特徴を有している。切削工具を例として考えると、切削時の刃先温度は他の条件が同じであれば工具材料の熱伝導率が高いほど低くなり、工具の摩耗に対して有利となる。またフライス切削等の断続的な切削を行なう場合は、工具に加熱、急冷の熱衝撃が加わり、これによる熱き裂が生じる。この場合においても工具の熱伝導度が高い場合は工具表面と内部の温度差が小さくなり、き裂が発生し難くなる。発明者等は、このようなCBNの優れた特徴を生かして、更に切削工具等の工具に要求される高強度の焼結体を得る

(5)

て20kPa以上、温度700°C以上の高圧、高温下で焼結せしめることを特徴とする立方晶型窒化硼素を体積で80~20%含有し、残部が周期律表第4a族のTi, Zr, Hfの炭化物、窒化物、炭窒化物を主体とした化合物が結合相中で50体積%以上92%以下であり、更にAl, Siまたはこれらを含む合金、化合物およびFe, Ni, Coまたはこれらを含む合金、化合物からなり、これと前記周期律表4a族金属の炭化物、窒化物、炭窒化物などが焼結体組織中に連続した結合相をなす高硬度工具用焼結体の製造法。

## 5 発明の詳細な説明

立方晶型窒化硼素(Cubic BN以下CBNと略す)はダイヤモンドに次ぐ高硬度の物質であり、超高压高温下で合成される。現在既に研削用砥粒として使用されており、また切削用途にはCBNを金属Coなどで結合した焼結体が一部に使用されている。このCBNを金属で結合した焼結体は切削工具として使用した場合、結

(4)

ことを目的としてCBNと種々の耐熱性化合物の複合焼結体を作成した。

目的とした複合焼結体を得る為の耐熱性化合物に要求される特性は、先ず高強度であること、及び複合焼結体とした場合に前記したCBNの有する熱伝導率が高いという特徴を維持する為に組合せる耐熱性化合物自体も熱伝導の高いものが要求される。このような耐熱性化合物としては周期律表第4a, 5a, 6a族遷移金属の炭化物、窒化物、硼化物、珪化物、又これらの混合物もしくはこれ等の相互固溶体化合物が考えられる。これ等の化合物に共通して言えることは硬度が高く、高融点であり、更にこれ等化合物が酸化物に比較して金属的な物性を有していることである。特に、これ等化合物の熱伝導率は金属に近い値を示す。耐熱性や強度の点からみると酸化物の中で $Al_2O_3$ は優れた性質を有しており、常温近辺での熱伝導度も比較的高いが、第1図に示すように高温下で熱伝導率が著しく低下する。これは切削工具等の高温での特

(6)

性が問題になる用途では大きな欠点である。これに対して前記した化合物は第1図にその一例を示すように高温下ではむしろ熱伝導率は高くなるものが多い。このようにして選択された耐熱性化合物とCBNの複合焼結体を製造する方法は、先ず、CBN粉末と、この耐熱性化合物粉末の1種もしくは2種以上をボールミル等の手段を用いて混合し、これを粉状でもしくは常温下で所定の形状に型押成型し、超高压装置を用いて高圧、高温下で焼結する。用いる超高压装置はダイヤモンド合成に使用されるガードル型、ベルト型等の装置である。焼結体には黒鉛円筒を用い、その中にタルク、ヨウ素等の絶縁物をつめてCBNの混合粉末型押体を包む。黒鉛焼結体の周囲にはバイロフエライト等の圧力媒体を置く。焼結する圧力、温度条件は第2図に示した立方晶型窒化硼素の安定領域内で行なうことが望ましいが、この平衡線は必ずしも正確には分つておらず、一つの目安にすぎない。又CBNと組合わせる耐熱性化合物の種類によ

(7)

る以上であることが極ましく、CBN相量は用途によつて変えることができる。第7図は後述する本発明の実施例3により得られた焼結体の組織を示したもので<sup>(特許No.2)</sup>1500倍拡大の顕微鏡写真である。図中最も見えるCBN粒子の間隙には白く見える相のTiNを主成分とする結合相が浸入してち密な焼結体となつてゐる。このような組織を呈する理由は、高温下でCBNに比し相対的に変形し易いTiNが焼結中にCBN粒子間に侵入していく為と考えられる。

工具としての用途を考えると、本発明焼結体のCBNの結合相耐熱性化合物としては周期律表第4族に属する遷移金属、即ちTi、Zr、Hfの炭化物、窒化物及びこれ等相互の固溶体化合物、または周期律表第5族中のWの炭化物、Wとが特に好適である。これ等は現在切削工具等に用いられるWC基超硬合金やサーメントの硬質耐摩耗性成分として使用されており、耐摩耗性に優れ、高強度の化合物である。

Ti、Zr、Hfの炭化物、窒化物及びこれ等

(8)

つて条件は変え得るが、目的とする焼結体を得るには圧力20kPa以上、温度700℃以上の高圧、高温下で焼結する必要がある。

本発明による焼結体の非常に注目すべき、また本発明を有用ならしめる特徴として前記耐熱性化合物が焼結体組織上で連続した相をなすことが挙げられる。即ち、本発明の焼結体では強靭な耐熱性化合物が、あたかもWC-Co超硬合金中の結合相である金属Co相の如く、高硬度のCBN粒子間の隙間に侵入して連続した結合相の状態を呈し、このことにより焼結体に強靭性が付与せしめられたものである。このような組織を有する焼結体を得る為にはCBNの含有量を体積で80%以下とする必要があることが実験の結果明らかになつた。本発明による焼結体中のCBN相量の下限は体積で20%までである。これ以下ではCBNの特徴を生かした工具としての性能が發揮されない。なおチルドロール等の高硬度材の切削に用いる工具として使用する場合は焼結体中のCBN相量は体積%で40

(9)

の相互固溶体が本発明の結合相耐熱化合物として優れている他の理由は、例えば焼結体を例にとると、これ等金属の窒化物は $MN_{1-x}$ の形で示され(MはTi、Zr、Hfの金属を示し、xは原子空孔または相対的に過剰の原子の存在を意味する)、M-x相図上で広い存在範囲を有する。焼結体の原料としてこの $MN_{1-x}$ のxが種々異なるものを使用して焼結体を試作した結果、xの値がある範囲内では特に優れた焼結性を有することを見出した。この理由について以下検討してみる。

工具材用として考えた時、特に切削工具用途では、焼結体の結晶粒の大きさは、数ミクロン以下が望ましい。

ミクロンまたはミクロン以下の微粉は、かなり多量の酸素を含有している。一般に、この酸素は粉末表面に、ほぼ水酸化物の形に近い化合物の形で存在するのが大部分である。この水酸化物の形に近い化合物は加熱時分解してガスとなつて出てくる。焼結される物質が密封されて

(10)

いない時には、このガスを系外に出すのは困難ではない。しかし本発明の如く、超高压下で焼結する場合には、発生したガスは、加熱系外に脱出することは殆んど不可能である。一般にかかる場合には、予め脱ガス処理をする事が粉末冶金界では常識であるが脱ガス処理温度が十分高く出来ない場合には問題である。本件は、まさにそれに当る。即ちOBXの低圧相への変態を考えると加熱温度に上限がある。

微粉末の脱ガス過程としては、温度と共に次の各段階がある。まず低温では物理吸着しているものと吸湿水分が除去される。次いで化学吸着しているもの及び水酸化物の分解が起る。最後に酸化物が残る。

OBXの場合1000℃位までは安定であるので、最低でもこの温度位には予め加熱出来る。従つて、予め脱ガス加熱すれば残留ガス成分は酸化物の形で残っていると考えてよい。逆に言えばガス成分はなるべく焼結体中に残したくないのだから、水および水素を全て除去すること

(11)

の値が0.7以下のこれ等化合物を原料とした場合に焼結性が優れていることを確認した。

本発明で使用するこれ等化合物の(1士x)の値の下限は大体0.4である。0.4未満となるとこれ等化合物は単相ではなくTi, Zr, Hf等の金属相が共存した状態となり、この金属相量が多いと得られた焼結体の硬度が低下し、耐摩耗性が悪くなる。

本発明による焼結体ではOBXの結合相として前記した耐熱性化合物を用いるものであるが、さらに、耐熱性化合物以外のAl, Siまたはこれらを含む合金、化合物およびFe, Ni, Coまたはこれらを含む合金、化合物を必須的に均一に混合した状態で含有する。この結合相は焼結体組織中で連続した結合相をなし、該耐熱性化合物が結合相中で50~92%体積%を占める。すなわち、結合相の主となる成分は耐熱性化合物相でありこれ等金属相は焼結体中の体積比で耐熱性化合物相の量以下とする必要がある。それ以上では焼結体の耐熱性、耐摩耗性が低下し、

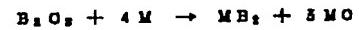
(13)

は予備処理として行なうのが好ましい。

本発明では、この考え方の下に全て1000℃以上の脱ガス処理を真空中でしている。MN<sub>1-x</sub>を加えた時、何故焼結体として良好なものが得られるかは次の如くと考えられる。

即ちOBX粉末表面には酸化物、多分B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の形のものが存在する。

このB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とMN<sub>1-x</sub>の(-x)部分に相当するMが反応した場合には、



となりガスを発生しない。そしてMOはMBと同一結晶構造を有し、相互固溶体を形成する。ここにMN<sub>1-x</sub>で表わされるTi, Zr, Hf酸化物が特に優れた焼結性を示す理由があると考えられる。このことは窒化物に限らず、MO<sub>1-x</sub>の形で示される炭化物、又はM(C, N)<sub>1-x</sub>で示される炭窒化物、又はMとして2種以上の金属を含む上記した化合物についても言えることである。発明者等はMN<sub>1-x</sub>, MO<sub>1-x</sub>, M(C, N)<sub>1-x</sub>の形でTi, Zr, Hfの化合物を示した時に(1士x)

(12)

工具としての性能が失なわれる。

また前記した耐熱性化合物以外Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, AlN, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>等の化合物も結合相の副成分として本発明の焼結体の特徴を失なわない範囲で含有してもよいし、工程中から混入していく不可避的不純物を含有してもよい。また本発明による焼結体ではOBXの合成に使用され、高温、高圧下で六方晶型窒化硼素及びOBXに對して溶解性を有すると信じられる元素、例えばLi等のアルカリ金属、Mg等のアルカリ土類金属、Pb, Sn, Bi, Al, Cd, Si等を添加物として含むものであつても良い。

本発明の焼結体の原料として使用するOBXは六方晶型窒化硼素を原料として超高压下で合成されたものである。従つてOBX粉末中には不純物として六方晶型窒化硼素が残存している可能性がある。また、超高压下で焼結する場合においても、結合材がOBXの個々の粒子間に侵入するまではOBX粒子は外圧を静水圧的に受けておらず、この間の加熱によつて六方晶型

(14)

塗化硼素へ逆変態を起す可能性もある。このような場合に前記した六方晶型塗化硼素に対して放電作用を有する元素が混合粉末中に添加されていると、この逆変態を防止する効果があると考えられる。発明者等は、この考えに基いて特に Al, Siについて効果を確認する実験を行なつた。Al, Siを添加する方法としては第4族の塗化物を例にとると、この  $Mn_{1-x}$  なる化合物で ( $1 - x$ ) が 0.97 以下のものに Al 又は Si 又は、この双方を所定量加え混合した後、600°C 以上に真空中又は不活性雰囲気中で加熱して  $Mn_{1-x}$  の相対的に過剰な M と Al 又は Si を反応せしめて M-Al, M-Si 相図上に存在する金属間化合物（例えば M が Ti の場合  $TiAl_3$ ,  $TiAl_2$  等）を生成させ、この粉末を CBN と混合する結合材原料とした。

第5図に、Al-Ti の相状態図、第6図に Si-Ti の相状態図を参考のために示す。

例えば、第5図の Al-Ti 相図では上記の  $TiAl_3$ ,  $TiAl_2$  の他に  $Al_2Ti$ ,  $AlTi_2$ ,  $AlTi_3$

(15)

Al 又は Si の含有量の上限は焼結体中に重量で 20% まであり、それ以上では焼結体の硬度が低下し、耐摩耗性が悪くなる。特に Al 又は Si が過剰で焼結体の結合相中に純粋な Al, Si の形態で存在すると焼結体の硬度は著しく低下する。

従つて Al 又は Si は結合材の他の化合物形成金属 (Ti, Zr, Hf など) と金属間化合物を形成するか、又は添加された他の金属 (Co, Fe, Ni など) に固溶もしくはこれ等と金属間化合物を形成する量に限定されるものである。

Al, Si にさらに Fe, Ni, Co を添加すると結合相の性質から低速切削分野で良好な性能を示す。これは、結合相が金属だけの焼結体に比較すると、強化されていることによるものと思われる。

本発明による焼結体は高硬度で強靭性を有し、耐熱、耐摩耗性に優れており、切削工具以外に鍛引きダイスや皮剥きダイス、ドリルビット等の工具用途にも適したものである。

(17)

の金属間化合物が生成し得ることが示されている。

この方法では加えた Al, Si が結合材中に均一に分散した状態となり、少量の添加で、その効果が發揮される。別の方法としては、あらかじめ M-Al, M-Si 間の金属間化合物粉末を作成して原料混合時に加えてもよい。これは結合材化合物を炭化物、炭窒化物とする場合も同様である。このようにして作成した Al, Si を添加した焼結体と、これ等を含まない焼結体を比較してみた。

焼結体を研磨して組織観察を行なうと Al, Si を含む焼結体の方が研磨面において CBN 粒子が焼結体より剥離することが少なく、CBN 粒子と結合相との結合強度が強いと考えられる。また切削工具として性能を比較すると、やはり Al, Si を含有する方が耐摩耗性、韌性ともに優れていた。尚、このような効果が現れるのは焼結体中に 0.1 重量% 以上の Al 又は Si を含む場合であつた。

(16)

以下、実施例を述べる。

#### 参考例 1

平均粒度 7 μ の CBN 粉末を用いて、これを体積で 60%、残部が第 1 表のものからなる混合粉末を作成した。

第 1 表

組	結合材体積 %	圧力 kp	温度 °C
A	TiN 0.75 35% Al <sub>2</sub> Ti 5%	40	1100
B	TiN 0.75 38% Si 2%	40	1200
C	TiN 0.97 20% Si 20%	40	1200

この混合粉末にカンフラーを 2 倍加え、外径 10 mm、高さ 1.5 mm に型押成型した。これをステンレス製の容器中に挿入した。この容器を真空炉中で  $10^{-4}$  mmHg の真空度で 1100°C に 20 分間加熱して脱ガスした。これをガードル型超高压装置に挿入した。圧力媒体としてはペイロフライライトを、ヒーターとしては黒鉛の円筒を用いた。尚、黒鉛ヒーターと試料の間は

(18)

$\text{NaOCl}$  を充てんした。これを第1表に示した条件で焼結した。保持時間は30分である。得られた焼結体は外径約10mm、厚さは約1mmであった。これをダイヤモンド砥石で平面に研削し、更にダイヤモンドのペーストを用いて研磨した。 $\text{X}$ 線回折により結合相の状態を調べたところ、Aの焼結体は結合相が  $\text{TiN}$  を主体とし、少量の  $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ 、 $\text{TiAl}_2$ 、 $\text{TiAl}_3$  と思われる化合物からなつており、Bの焼結体は  $\text{TiN}$  以外に  $\text{Ti}_{1-x}\text{Si}_x$  もしくは  $\text{Ti}_{1-x}\text{Ni}_x$  化合物が少量結合相中に分散していた。またDでは結合相は  $\text{TiC}$  と金属Ni相からなつていた。

## 参考例2

平均粒度1μの  $\text{Ti}_{0.75}\text{Al}_{0.25}$  粉末と平均粒度30μのAl粉末を重量で各々90%、10%の割合に配合し、M型プレンダーを用いて混合した。この混合粉末を1t/cm<sup>2</sup>の圧力でペレットに成型し、真空炉中で1000℃に加熱し、30分間保持した。これを粉砕して粉状とし、 $\text{X}$ 線回折によつて調べたところ、 $\text{TiN}$  以外に  $\text{TiAl}_3$ 、

(19)

寿命となつた。

## 参考例3

平均粒度1μの  $\text{Ti}(\text{Co}_{0.4}, \text{Ni}_{0.6})_{0.8}$  粉末に重量で平均粒度30μのAl粉末を2%加え、以下参考例2と同様にしてAl化合物を含む  $\text{Ti}(\text{Co}, \text{Ni})$  粉を作成した。この粉末と平均粒度4μのCBN粉末を体積%で各々65%、35%に配合し、参考例1と同様にして外径10mm、厚み1mmの焼結体を作成した。但し、焼結時の圧力は50kgで温度は1150℃とした。焼結体をダイヤモンド切断刃を用いて切断し、切削チップを作成し、これを鋼の支持体に接着付けした。比較のために平均粒度3μのCBNを金属Coで結合した市販品のCBN焼結体で同一形状の切削工具を作成し、第3図に示す形状のscr3種の熱処理した鋼を切削した。図においてAは3.2mm、Bは1.2mm、Cは1.96mm、矢印はバイトDの切削方向を示す。

比較のために金属CoでCBNを結合した市販のCBN焼結体で作成した工具もテストした。

(21)

$\text{TiAl}_2$  及び  $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$  と思える回折ピークが得られ、金属Alは検出されなかつた。このAl化合物を含む  $\text{TiN}$  粉末を体積で40%と、平均粒度7μのCBN粉末60%を混合し、Mo製の容器に詰め、参考例1と同様にして、先ず圧力を55kgにあげ、のちに温度を1400℃に上げ、30分間保持したのち温度を下げ、圧力を徐々に下げて、外径7mm、高さ5.5mmの焼結体を得た。この焼結体をダイヤモンド線引きダイスを作成する場合と同様の加工方法を用いて穴径1.0mmのダイスに仕上げた。

比較の為に超硬合金及び市販されている金属Coでダイヤモンド粉末を結合したダイヤモンド焼結体を用いて同一形状のダイスを作成した。このダイスを用いてM型の線引きテストを行つた。ダイスに供給されるM線材を約800℃に予熱した条件でテストした結果、本発明のダイスでは5mmの伸線が可能であつたが、超硬合金製ダイスでは200kg、焼結ダイヤモンドダイスは1mmの伸線量でいずれもダイスが摩耗して

(20)

切削条件は切削速度60m/min 切込み0.15mm、送り0.12mm/revである。切削テスト結果は、本発明焼結体では第3図の被削材を20本切削して未だ切削可能であつたが、比較の為に用いた市販のCBN焼結体工具では1本切削した時点で刃先に欠けを生じた。

## 実施例1

平均粒度4μのCBN粉末と、平均粒度1μの  $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$  粉末及び  $\text{Ti}_{1-x}\text{Si}_x$  粉末、カーボニルNi粉末をそれぞれ体積%で70, 15, 5, 10の割合に配合した。

以下参考例1と同様にして焼結体を作成した。 $\text{X}$ 線回折により焼結体を調べたところCBN、 $\text{TiN}$  以外に  $\text{TiAl}_2$ 、 $\text{Ti}_{1-x}\text{Si}_x$ 、 $\text{Ti}_{1-x}\text{Ni}_x$  が検出された。得られた焼結体より切削チップを加工し、熱処理したHRC9種(HRC54)を切削した。比較の為に参考例3で用いた市販CBN焼結体の切削工具も同時にテストした。切削条件は切込み0.2mm、送り0.12mm/revとし、切削速度を変えてテストした。工具抜け面摩耗

(22)

巾が0.2mmに達する時間を切削速度に対して示したのが第4図である。本発明焼結体は特に高速域で優れた耐摩耗性を有している。

## 実施例2

平均粒度3μのCBN粉末を体積で60%、残部が第2表の組成の結合材粉末とを混合した。

以下参考例1と同様にしてステンレス製容器に入れた混合粉末を第2表の条件で焼結した。焼結体を研磨してマイクロピッカース硬度計を用いて硬度を測定したところ、E、Fは各々2900, 2800, 2700であつた。X線回折により結合相の状態を調べたところ、DではTiC, TaN及び金属Ni、EではTiC, NbC、金属Ni, Fでは(Ti, Ta)(C, N)相と金属Ni相の他にTi, Al, Niの化合物と思われる相が観察された。

(23)

平均粒度3μのCBN粉末を体積で60%と残部が第3表の組成の結合材粉末とを混合した。この混合粉末をモリブデン製の容器に充填した。

以下参考例1と同様にして第3表に示した圧力、温度で10分間保持して焼結した。いずれも充分緻密な焼結体が得られ、そのピッカース硬度は第3表の値を示した。

## 第3表

No.	結合材重量%	圧力 Kb	温度 ℃	ピッカース 硬度
G	WO 6%、TiC <sub>0.95</sub> 25%、Al 15%	55	1400	3100
H	TiC <sub>0.95</sub> 72%、Mo <sub>2</sub> C 13%、Al 15%	/	/	3300
I	HfB <sub>2</sub> 85%、Co 5%、Al 10%	/	/	3000
J	TiC <sub>0.95</sub> 85%、Fe 5%、Si 10%	/	/	3200
K	TiB <sub>2</sub> 70%、Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 20%、Al 10%	/	1450	3500
L	(TiTa) <sub>0.80</sub> 80%、Ti 0.7%、Ta 0.5%、C 0.95%、Co 5%、Al 15%	/	1400	3200

(25)

## 第2表

No.	結合材体積%	圧力 Kb	温度 ℃
D	TiC <sub>0.97</sub> 20%、TaN 5%、Al <sub>2</sub> Ti 5%、Ni 10%	40	1250
E	TiC <sub>0.97</sub> 20%、NbC 5%、Al <sub>2</sub> Ti 5%、Ni 12%	40	1200
F	(Ti <sub>0.4</sub> Ta <sub>0.1</sub> )(C <sub>0.4</sub> N <sub>0.1</sub> ) <sub>0.9</sub> 25%、Al <sub>2</sub> Ti 5%、Ni 10%	40	1200

## 参考例4

平均粒度4μのCBN粉末と、平均粒度1μのTiC<sub>0.95</sub>粉末及び平均粒度0.3μのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末を体積%でそれぞれ60, 20, 20の割合に配合した。以下参考例1と同様にして焼結体を作成した。超高压焼結時の圧力は45Kb、温度は1200℃で20分間保持した。この焼結体で切削工具を作成し、参考例5と同様の性能テストを行なつた結果、第3図に示した焼入れ鋼の被削材を20本切削して未だ切削可能であつた。

## 実施例3および参考例5

(24)

## 実施例4

(Zr<sub>0.7</sub>Ta<sub>0.3</sub>)(C<sub>0.9</sub>, N<sub>0.1</sub>)<sub>0.9</sub>とAl, Si, Coをそれぞれ80:10:5:5の重量割合で混合した後、攪拌して、1200℃で15分間真空中で処理した。

次にこの結合材粉末を超硬合金製のボットとポールを用いて粉砕した。この粉末と粒度3μのCBN粉末を容積で24:76の割合に混合した。

参考例1と同様にして、この粉末を超高压焼結した。得られた焼結体を用いて切削加工用のチップを作成した。比較のためCoを結合材とした焼結体も同様のチップとした。

得られたチップを用いて、100×300×100mmのSRT4(HRC50)の上面をフライス加工した。切削速度は120mm/分、切込み0.2mm、送り0.1mm/刃で切削したところ、本発明品は50分切削しても欠損しなかつたのに対して、比較品は5分間切削時点で破損した。

## 4回面の簡単な説明

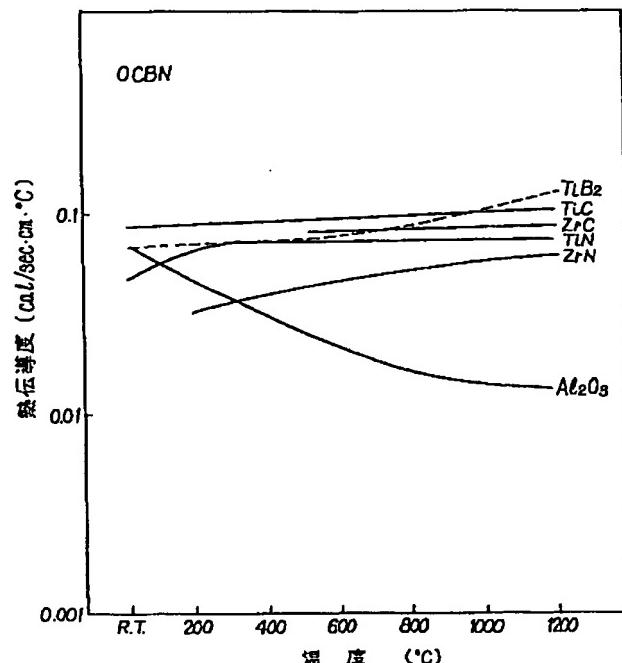
(26)

第1図は本発明の焼結体の特徴を説明するもので、OB日及び各種化合物の熱伝導度の温度に対する変化を示したものである。第2図は本発明の焼結体の製造条件に関するもので立方晶型窒化硼素の圧力、温度相図上での安定存在領域を示すものである。第3図は本発明焼結体の効果を説明する切削性能テストに用いた被削材形状を示すもので、用いた工具及び切削テストの内容は参考例5に詳細を記した。第4図は本発明焼結体の切削工具としての性能を示すもので切削速度を変えた場合の一定工具摩耗量に達する時間を図示したものである。第5図は本発明の結合相の化合物である、Al-Ti化合物を示す相状態図、第6図は同様にTi-Bi相状態図である。第7図は本発明焼結体の組織上の特徴を示す倍率1500倍の光学顕微鏡写真である。

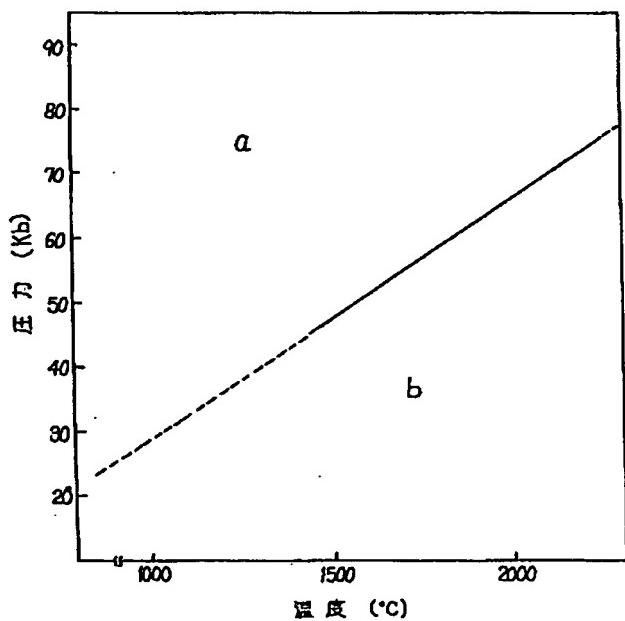
a：立方晶窒化硼素安定域、b：六方晶窒化硼素安定域、1：比較材、2：本発明焼結体。

(27)

第1図



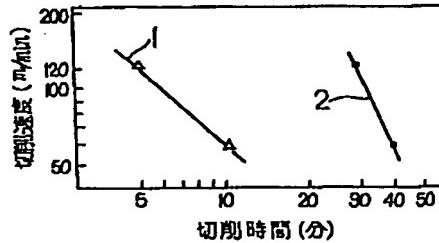
第2図

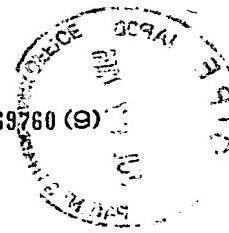


第3図

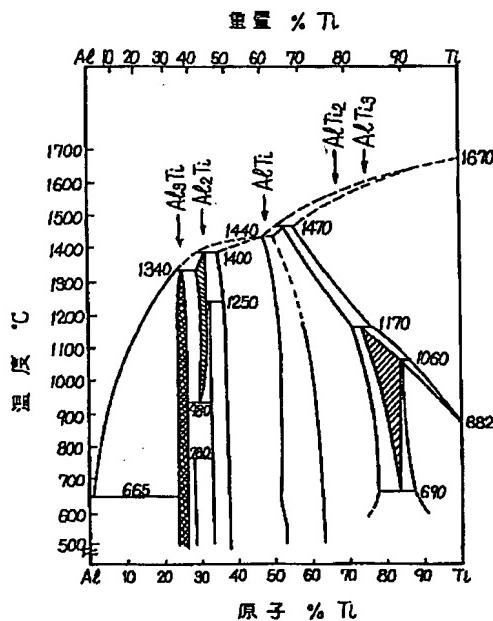


第4図

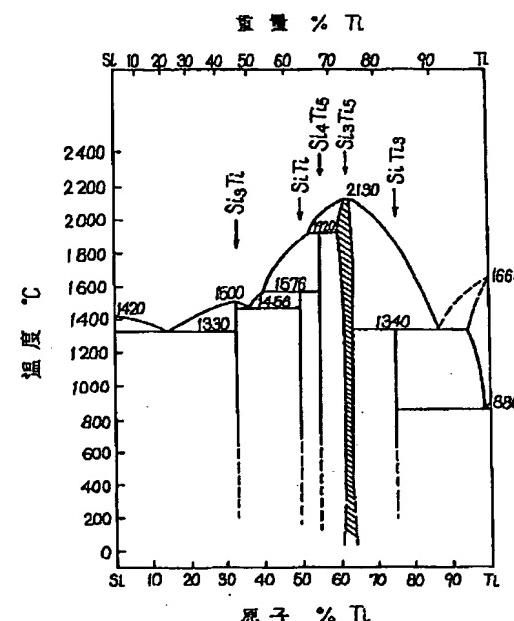




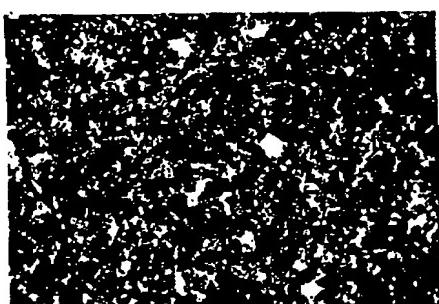
第5図



第6図



第7図

手続補正書（方式）

昭和 62 年 10 月 / 日

特許庁長官 小川邦夫殿

## 1. 事件の表示

昭和 62 年特許願第 33465 号

2. 発明の名称 高硬度工具用焼結体および  
その製造法

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 大阪市東区北浜 6 丁目 16 番地

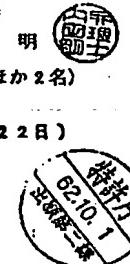
氏名 (名前) (213) 住友電気工業株式会社  
代表者 川上哲郎

## 4. 代理人

住所 東京都港区虎ノ門一丁目 16 番 2 号  
虎ノ門千代田ビル 電話 (504) 1894番  
氏名 弁理士 (7179) 内田 明 (印) (ほか 2 名)5. 補正命令の日付 昭和 62 年 9 月 2 日  
(発送日: 昭和 62 年 9 月 22 日)

6. 補正により増加する発明の数 なし

方  
式  
審  
査  
1





特開昭63-69760(10)

補正の対象

明細書の「図面の簡単な説明」の欄

② 補正の内容

- (1) 明細書第27頁下から第4行の「組織上の」  
という記載を「金属組織としての」と訂正する。

(2)